

GPCにおける標準試料の選択

GPCにおいては分子量既知の標準物質により較正曲線を作成し、この較正曲線に基づいて目的物質の分子量、分子量分布を計算します。従って標準物質と目的物質は同じ条件（装置、カラム、移動相、カラム温度等）で測定する必要があります。また、得られた分子量は標準物質に換算した相対分子量であり、標準物質と目的物質の組成が異なる場合はこの点に留意しなければいけません。GPC用の標準物質は各種ありますが移動相、目的物質の種類により選択する必要があります。以下に代表的な標準物質と適用可能な移動相、カラムの種類を表にしました。

標準物質	移動相	カラム	検出器
ポリスチレン	THF, クロロホルム, トルエン, 塩化メチル, MEK, NMP	H	RI, UV
ポリエチレンオキシド	DMF, 水溶液	H, PW	RI
ポリメタクリル酸メチル	HFIP, THF	H	RI
プルラン	DMSO, 水溶液	H, PW	RI

*較正曲線の作成方法

カラムの分画範囲に合わせて、通常は分子量の異なる5点以上の標準物質の混合試料を測定し、各ピークの溶出時間と重量平均分子量から較正曲線を作成します。標準物質の点数が多い場合は、ピークが重ならない様に選択した標準物質の混合試料を数組作り測定します。試料濃度はカラムにオーバーロードしない範囲で設定します。分子量が高くなる程オーバーロードしやすいので低濃度にする必要があります。以下にTHFでHタイプのカラムにおける標準ポリスチレンの種類と濃度の例を示します。

標準ポリスチレン試料1	濃度(mg/ml)	標準ポリスチレン試料2	濃度(mg/ml)
F-850	0.1>	F-550	0.1>
F-288	0.1>	F-128	0.1>
F-80	0.2>	F-40	0.5>
F-20	1.0>	F-10	2.0>
F-4	2.0>	F-2	2.0>
A-5000	5.0>	A-2500	5.0>
A-1000	5.0>	A-500	5.0>

次にミックスカラムの種類と標準ポリスチレンの使用可能な範囲を示します。

ミックスカラム	標準ポリスチレンの範囲
TSK gel GMH _{XL}	F-850~A-500
TSK gel GMH _{HR-H}	
TSK gel SuperHM-H	
TSK gel GMH _{HR-M}	F-288~A-500
TSK gel SuperHM-M	
TSK gel GMH _{HR-N}	F-20~A-500
TSK gel SuperHM-N	

*GMH_{HR-H}及びSuperHM-HでF-850, F-550を測定する場合は通常の測定流速の半分以下で測定する必要があります。(GMH_{HR-H}; 0.5ml/min, SuperHM-H; 0.3ml/min)

以下にTSK gel GMH_{XL}でこの2組の標準試料を測定したカラムグラムと校正曲線を示します。

*測定条件

カラム: TSK gel GMH_{XL} (7.8mm ID×30cm×2)

溶媒: THF

流速: 1.0ml/min

圧力: 16kgf/cm²

温度: 40°C

注入量: 50μl

検出: RI

装置: CCPMII, AS-8020, CO-8020, RI-8022, SC-8020

